

А. А. Чуракова^{1,2*}, Д. В. Гундеров^{1,2}

¹Уфимский государственный авиационный технический университет, г. Уфа

²ФГБУН Институт физики молекул и кристаллов УНЦ РАН, г. Уфа

* *churakova_a@mail.ru*

ТРАНСФОРМАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ TiNi ПРИ МНОГОКРАТНЫХ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ B2-B19'

Проведены комплексные исследования влияния многократных мартенситных превращений B2-B19' на структуру и свойства ультрамелкозернистых и нанокристаллических сплавов TiNi. Показано, что, как и в крупнозернистых (КЗ) сплавах, в ультрамелкозернистых (УМЗ) и нанокристаллических (НК) сплавах TiNi происходят последовательные изменения структуры и свойств, вызванные фазовым наклепом, при увеличении количества термоциклов вплоть до $n = 100$ с быстрым нагревом и быстрым охлаждением до $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Ключевые слова: сплавы TiNi, термоциклирование, мартенситные превращения, интенсивная пластическая деформация, фазовый наклеп, нанодвойники.

A. A. Churakova, D. V. Gunderov

MICROSTRUCTURE TRANSFORMATION AND PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF ULTRAFINE-GRAINED AND NANOCRYSTALLINE TiNi ALLOYS IN MULTIPLE MARTENSITIC TRANSFORMATIONS B2-B19'

Comprehensive studies on the impact of multiple martensitic transformations B2-B19' on the structure and properties of ultrafine-grained and nanocrystalline titanium-nickel (TiNi) alloys are implemented. It is shown that in coarse-grained, ultrafine-grained and nanocrystalline TiNi alloys consecutive changes in the structure and properties take place, which are induced by phase hardening, when the number of thermocycles increases up to $n = 100$ with quick heating and quick cooling to $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Keywords: TiNi alloys, thermocycling, martensitic transformations, severe plastic deformation, phase hardening, nanotwins.

1. Введение

Сплавы на основе никелида титана (TiNi) принадлежат к классу функциональных материалов с эффектами памяти формы (ЭПФ), обусловленными термоупругими мартенситными превращениями «B2-

В19'», протекающими в диапазоне температур, близких к комнатным [1–4]. Данные сплавы широко используются в медицине и технике. Известно, что цикл мартенситных превращений (МП) при охлаждении и нагреве приводит к генерации дислокаций в кристаллической решетке. Понимание природы влияния многократных циклов «охлаждения и нагрева» ниже и выше точек мартенситного превращения – термоциклирования (ТЦ) – на структуру и свойства материалов имеет большое значение для сплавов TiNi и изделий из них. В сплавах TiNi, при многократных циклах МП происходит некоторое увеличение плотности дислокаций, что, в свою очередь, сопровождается изменением температур мартенситных превращений и некоторым повышением предела дислокационной текучести сплавов при механическом нагружении [5–7]. Однако для сплавов TiNi термоциклирование не применяется в качестве упрочняющей обработки, но с использованием термо- и механоциклирования возможно «наведение» в TiNi многократного эффекта памяти формы для специальных применений [8–10].

Эффективным способом повышения прочностных и других физико-механических свойств сплавов TiNi является формирование в них ультрамелкозернистой (УМЗ) и нанокристаллической (НК) структур методами интенсивной пластической деформации. Влиянию термоциклирования на структуру и свойства крупнозернистых (КЗ) сплавов TiNi посвящено достаточно большое число работ. Исследования воздействия ТЦ на УМЗ и НК сплавы проводились в ограниченном количестве. Поэтому вопрос установления влияния УМЗ состояния сплавов TiNi на процессы трансформации их структуры и свойств при термоциклировании, выявление роли границ зерен в генерации дислокаций в аустенитной В2-фазе при мартенситных превращениях является актуальным.

2. Материал и методы исследования

В качестве материала исследования был выбран эквиатомный сплав Ti₅₀Ni₅₀ с температурой МП около 80 °С. Для формирования УМЗ структуры закаленные образцы были подвергнуты 8 циклам РКУП (120° при температуре 400 °С). Для получения НК структуры образцы были подвергнуты ИПДК в бойках с «канавкой» (Р = 6 ГПа, n = 5) и последующему отжигу при температуре 350 °С. Термоциклирование на образцах в различных исходных состояниях осуществлялось путем последовательного погружения образцов в жидкий азот (–196 °С) с последующим нагревом до температуры 150 °С, что, соответственно, заведомо ниже и выше температур прямого и обратного мартенситного превращений. Число термоциклов варьировалось от 0 до 100. Анализ микроструктуры сплавов в исходном крупнозернистом (КЗ) состоянии проводили на оптическом микроскопе OLYMPUS GX51. Исследования тонкой структуры проводили методом просвечивающей электронной

микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEOL-2100. Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV в Cu-K α излучении с длиной волны $\lambda=1,54418$ Å, съемку проводили при комнатной и повышенной температурах. Микротвердость H_v определяли по методу Виккерса на приборе Buehler «Micromet-5101». Калориметрические исследования осуществлялись на дифференциальном сканирующем калориметре Netzsch DSC 204 F1 Phoenix на образцах массой 50 мг при охлаждении и нагреве в интервале температур от -150° до 150° C со скоростью 20° C/мин. Механические испытания на растяжение малых образцов с рабочей частью $1 \times 0,25 \times 4$ мм проводились при комнатной температуре со скоростью деформации 1×10^{-3} с $^{-1}$ на специальной установке конструкции ИФПМ УГАТУ.

3. Результаты экспериментов и обсуждение

В исходном состоянии в сплаве Ti₅₀Ni₅₀ наблюдаются зерна размером около 200 ± 10 мкм с четкими границами и внутренней структурой из пакетов пластин мартенситной фазы. ПЭМ анализ показал, что сплав имеет при комнатной температуре микроструктуру мартенсита с преимущественно пакетной морфологией попарно двойниковых пластинчатых кристаллов B19', представляющих собой двойники $(1\bar{1}1)$ и $(011)_{B19'}$ I типа (в целом типичную для бинарных сплавов TiNi). Ширина двойниковых мартенситных пластин (h_M) составляет 85 ± 15 нм, границы между кристаллами мартенсита четкие и свободные от дефектов (рис. 1).

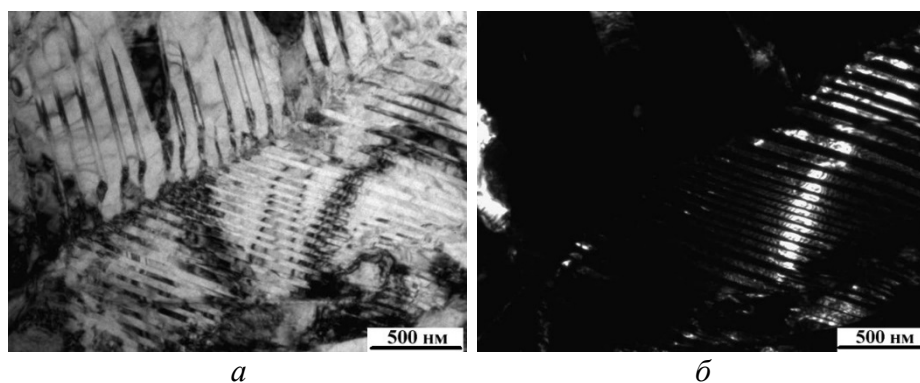


Рис. 1. Типичные ПЭМ изображения микроструктуры B19' – мартенсита сплава Ti_{50,0}Ni_{50,0} в КЗ состоянии

ТЦ с последовательным увеличением числа циклов приводит к увеличению плотности дислокаций и последовательному уменьшению ширины мартенситных пластин. В состоянии после термоциклирования с максимальным числом термоциклов микроструктура также представляет собой B19'–мартенсит, содержащий двойники $(011)_{B19'}$ I типа шириной 60 ± 5 нм, внутри которых наблюдаются составные нанодвойники $(001)_{B19'}$.

шириной несколько нанометров ($\sim 10 \pm 1$ нм), образованные в процессе термоциклирования (рис. 2).

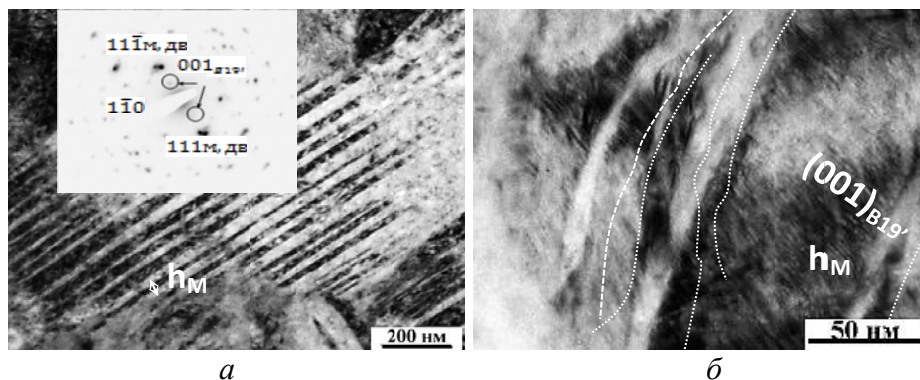


Рис. 2. Типичная микроструктура сплава КЗ $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ после 100 термоциклов (а).
На рис. (б) показаны составные нанодвойники $(001)_{\text{B}19'}$

В результате ИПДК и отжига при температуре 350°C в сплаве $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ формируется НК структура со средним размером В2-кристаллитов $\sim 34 \pm 5$ нм. При ТЦ с $n = 100$ циклов было зафиксировано образование в НК зернах составных нанодвойников $(001)_{\text{B}19'}$ шириной 3 ± 1 нм (рис. 3).

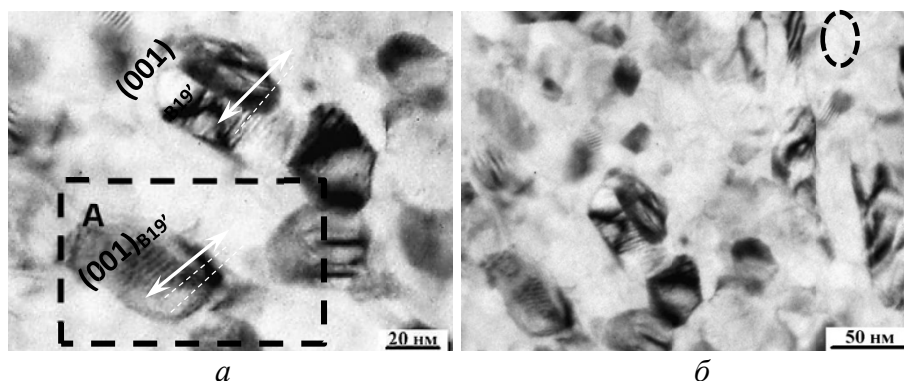


Рис. 3. Типичная микроструктура сплава $\text{Ti}_{50.0}\text{Ni}_{50.0}$ после ИПДК, отжига при $T = 350^\circ\text{C}$ 1 час и последующего термоциклирования в интервале температур мартенситного превращения с максимальным количеством циклов ($n = 100$) (а). На рис. (б) показаны стрелочками нанодвойники в зернах В2 фазы с участка А

После РКУП структура материала также мартенситная. Размер зерен аустенита по виду пакетов мартенсита составляет около 600 ± 30 нм, внутри которых содержатся пакеты двойников I типа с шириной пластин 79 ± 8 нм. В результате ТЦ наблюдается увеличение плотности дислокаций, и с нарастанием количества циклов происходит последовательное уменьшение ширины мартенситных пластин до 40 ± 7 нм при $n = 100$. Калориметрические исследования на сплаве $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ показали, что в результате ТЦ и в КЗ, и УМЗ сплаве сначала происходит смещение температур превращений в область более низких, а при

увеличении количества циклов n от 80 до 100 наблюдается рост температур мартенситных превращений. При ТЦ УМЗ сплава амплитуда изменения температур мартенситного превращения меньше, чем в КЗ, отсюда в УМЗ сплаве температуры более стабильны.

В результате ТЦ в КЗ и УМЗ состояниях наблюдается последовательное увеличение предела текучести, связанное с фазовым наклепом. При этом в УМЗ состоянии повышение предела текучести составляет 185 МПа, что на 67,5 МПа больше, чем прирост σ_T в КЗ состоянии. ТЦ также приводит к монотонному возрастанию предела фазовой текучести и оценочного реактивного напряжения в исследуемых состояниях.

Данные исследования были частично выполнены при поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований № 16-38-00242 мол_а.

ЛИТЕРАТУРА

1. Хачин В. Н. Никелид титана: структура и свойства / В. Н. Хачин, В. Г. Пушин, В. В. Кондратьев. Москва : Наука, 1992. 161 с.
2. Brailovski V. Shape memory alloys: fundamentals, modeling, applications / V. Brailovski, S. Prokoshkin, P. Terriault, F. Trochu. Montreal : Ecole de technologie supérieure (ETS) Publ., 2003. 851 p.
3. Shape Memory Materials / ed. by K. Otsuka and C. M. Wayman. Cambridge : Cambridge University Press, 1999. 284 p.
4. Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы / В. Э. Гюнтер [и др.]. Томск : ТГУ, 1998. 487 с.
5. Miyazaki S. Effect of thermal cycling on the transformation temperatures of Ti–Ni alloys / S. Miyazaki, Y. Igo, K. Otsuka // Acta metallurgica. 1986. Vol. 34, № 10. P. 2045–2051.
6. Ерофеев В. Я. Фазовый наклеп при мартенситном превращении никелида титана / В. Я. Ерофеев, Л. А. Монасевич, В. А. Павская, Ю. И. Паскаль // ФММ. 1982. Т. 53, № 5. С. 963–965.
7. Миронов Ю. П. Эволюция кристаллической структуры при фазовом наклепе никелида титана / Ю. П. Миронов, П. Г. Ерохин, С. Н. Кульков // Известия вузов. Физика. 1997. № 2. С. 100–104.
8. Furuya Y. Thermal cyclic deformation and degradation of shape memory effect in Ti–Ni alloy / Y. Furuya, Y.C. Park // Nondestructive Testing and Evaluation. 1992. Vol. 8–9, № 1–6. P. 541–554.
9. Lin G. M. Thermal cycling effects in Cu–Zn–Al shape memory alloy by positron lifetime measurements / G. M. Lin, J. K. L. Lai, C. Y. Chung // Scripta Metallurgica et Materialia. 1995. Vol. 32. №. 11. P. 1865–1869.
10. Liang X. Thermal cycling stability and two-way shape memory effect of Ni–Cu–Ti–Hf alloys / X. Liang, Y. Chen, H. Shen, Z. Zhang // Solid State Communications. 2001. Vol. 119. P. 381–385.